

	Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400 AOXLAB S.A.S	Identificación: INS-TC-002
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2023-10-02

# Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400

**AOXLAB S.A.S.**

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> INS-TC-002
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2023-10-02

## DOCUMENTO CONTROLADO

### INS-TC-002 Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
<b>Elaboró:</b>	Cristian Sair Garces Naranjo	Analista Instrumental	<i>Cristian Garces</i>	2023-09-30
<b>Revisó:</b>	Angela P. Patiño	Directora de calidad	<i>Angela PPP</i>	2023-10-02
<b>Aprobó:</b>	Darío Pardo Pardo	Director Técnico	<i>Dario Pardo</i>	2023-10-02
<b>Localización del documento:</b>		<a href="http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/">http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/</a>		


### Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2019-08-30	1	Ninguno (versión original).	JEAI	DPP	YELP
Vigente	2023-10-02	2	Se cambia estilo según manual identidad. Se incorpora el procedimiento de lectura manual en caso de falla de automuestreador Se incorpora el procedimiento de reporte de resultados desde el software Qtegra	CSGN	APPP	DPP

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> INS-TC-002
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2023-10-02

## ÍNDICE

<b>1. OBJETIVO Y ALCANCE.....</b>	<b>5</b>
1.1. Objetivo.....	5
1.2. Alcance.....	5
<b>2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.....</b>	<b>6</b>
2.1. Definiciones.....	6
2.2. Notaciones.....	6
<b>3. REFERENCIAS.....</b>	<b>7</b>
<b>4. DESARROLLO.....</b>	<b>8</b>
4.1. Principio del método.....	8
4.2. Equipamiento.....	8
4.3. Precauciones.....	8
4.4. Actividades preparativas para el uso del equipo.....	9
4.5. Encendido del equipo.....	9
4.6. Encendido del plasma.....	13
4.7. Creación de un LabBook.....	15
4.7.1. Creación de un LabBook a partir de uno existente.....	15
4.8. Reporte de resultados.....	19
4.9. Procedimiento de lectura manual en caso de falla de automuestreador.....	24
4.10. Ejecución del análisis.....	25
4.11. Apagado del sistema.....	26
4.12. Tareas de mantenimiento.....	27
4.12.1 Alineación de la antorcha.....	27
4.12.2 Limpieza de la antorcha.....	28
4.12.3 Limpieza de la cámara de pulverización (Spray chamber).....	29
4.12.4 Limpieza del nebulizador.....	29
4.12.5 Limpieza de la válvula sprint.....	29
<b>5 RESPONSABILIDADES.....</b>	<b>30</b>
5.1 Director técnico.....	30
5.2 Líder de Laboratorio.....	30
5.3 Analista.....	30

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP- OES Thermo iCAP 7400</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>

<b>6</b>	<b>FORMATOS RELACIONADOS.....</b>	<b>30</b>
<b>7</b>	<b>ANEXOS. ....</b>	<b>30</b>

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>

## 1. OBJETIVO Y ALCANCE.

### 1.1. Objetivo.

Describir las las instrucciones para la operación básica del espectrómetro de emisión atómica acoplado antorcha de plasma inducido (ICP-OES) Thermo iCAP 7400.


### 1.2. Alcance.

Este procedimiento documenta las instrucciones básicas para el manejo, mantenimiento diario y operación del espectrómetro de emisión atómica acoplado antorcha de plasma inducido (ICP-OES) Thermo iCAP 7400, identificado con número de inventario 246, a través del software de operación Qtegra versión 2.10

Los metales que se analizan por este equipo son los siguientes:

#### Metales

- Calcio (Ca)
- Cobre (Cu)
- Hierro (Fe)
- Magnesio (Mg)
- Manganeso (Mn)
- Potasio (K)
- Fósforo (P)
- Sodio (Na)
- Zinc (Zn)
- Mercurio (Hg)
- Plomo (Pb)
- Arsénico (As)
- Cadmio (Cd)
- Níquel (Ni)
- Cromo (Cr)
- Cobalto (Co)
- Vanadio (V)
- Litio (Li)
- Antimonio (Sb)
- Bario (Ba)
- Estaño (Sn)
- Boro (B)
- Aluminio (Al)
- Berilio (Be)
- Plata (Ag)
- Oro (Au)
- Platino (Pt)
- Molibdeno (Mo)

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> INS-TC-002
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2023-10-02

## 2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

### 2.1. Definiciones.

#### **Análisis elemental [6]**

Proceso analítico en el cual se establece el contenido de elementos químicos en una porción de ensayo de manera cualitativa y/o cuantitativa

#### **Calibración [4].**

Operación que, bajo condiciones especificadas, en un primer paso, establece una relación entre los valores de las magnitudes con su incertidumbre de medición provista por patrones de medición y las indicaciones correspondientes con incertidumbres de medición asociadas y, en segundo paso, usa esta información para establecer una relación para obtener un resultado de medición de una indicación.

#### **Documento [3]**

Información y su medio de soporte.

#### **Ensayo/prueba [3]**

Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento.

#### **Procedimiento [3]**

Forma especificada para llevar a cabo una actividad o proceso.

#### **Metal Pesado []**

Es aquel que presenta una gravedad específica superior a 5 y por tanto cubre los elementos con peso específico superior al del sodio, cubriendo entonces a más de 70 elementos de la tabla periódica. [8]

#### **Metal traza []**

Es aquel cuya abundancia en la corteza terrestre no supera el 0,1 % o sea 1000 ppm; esta es una definición que se encuentra en algunos textos dedicados al tema ambiental, pero no hay un acuerdo al respecto, ya que, en Geoquímica, por ejemplo, se considera como elemento traza aquel que presenta niveles por debajo de 0,01%. [9]

### 2.2. Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

“**Laboratorio**”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S.

“**Servicios**”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“**Ítem**”: se refiere a los objetos o materiales bajo ensayo.


	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> INS-TC-002
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2023-10-02

“Manual de mantenimiento”: se refiere a la bibliografía [7]

“Manual del software”: se refiere a la bibliografía [2]

### 3. REFERENCIAS.

- [1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] Thermo Scientific instruments iCAP 7000 Plus Series ICP-OES Software Manual Qtegra ISDS Software 2.10
- [3] ISO 9000:2015 Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad-- Fundamentos y vocabulario.
- [4] [4] VIM: 2012, International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms.
- [5] ISO/IEC 17000:2004 Conformity assessment -- Vocabulary and general principles.
- [6] MAHAN B. MAYERS, B. Química General 4a edición. Addison -Wesley Iberoamericana 1990.
- [7] Thermo Scientific instruments iCAP 7000 Series ICP-OES Spectrometer Customer Familiarisation and Maintenance Manual March 2013

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>

## 4. DESARROLLO.

### 4.1. Principio del método

La serie iCAP 7000 es una gama de espectrómetros de emisión óptica de plasma de argón acoplados inductivamente (ICP-OES) que utilizan un diseño óptico tipo Echelle y un detector de estado sólido de dispositivo de inyección de carga (CID) para medir las concentraciones elementales de trazas en una amplia gama de muestras.

Las muestras líquidas se bombean a través de un nebulizador para producir una pulverización fina. Las gotas grandes se eliminan mediante una cámara de nebulización, pasando pequeñas gotitas a través del tubo central de la antorcha al plasma. El disolvente se evapora y la muestra residual se descompone en átomos e iones que son excitados por el plasma generado por Radio Frecuencia (RF) a 9000K que emitirá un conjunto único de longitudes de onda de luz para cada elemento a medida que se descomponen hasta un estado energético inferior. Se mide la intensidad de esta luz y esto corresponde a la concentración del tipo de elemento en la muestra original.

### 4.2. Equipamiento.

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes patrones (o materiales) de referencia, equipos y componentes clave:

- Espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400
- Computador con instalación del software Qtegra V 2.10 y sus respectivas interfases para comunicación con el espectrómetro Thermo iCAP 7400
- Chiller
- UPS
- Automuestreador ASX-280
- Tubos de ensayo PVDF para automuestreador de 10 y 15 mL de lisos
- Argón 5.0
- Consumibles: antorcha, nebulizador, tubo inyector, mangueras de desecho y muestras, cámara de nebulización, codo, bases de antorcha y tubo inyector, clic.
- Solución iCAP de Zn de 2mg/L
- Solución ácida de lavado (ácido nítrico al 10%)
- Solución iCAP multielemento

### 4.3. Precauciones

- La presión del gas Argón grado 5 leída en el manómetro debe estar en 80 PSI para poder operar el equipo.

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP- OES Thermo iCAP 7400</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>

- Debe evitarse en todo momento el derrame de sustancias ácidas o con solventes orgánicos sobre el instrumento.
- Cualquier derrame en las cubiertas externas o dentro de las áreas de introducción de la muestra se debe limpiar inmediatamente evitando el uso de solventes orgánicos y teniendo en cuenta las precauciones de seguridad necesarias.
- Las manchas y marcas en las tapas deben quitarse con un paño suave humedecido con una solución detergente suave.
- Todas las muestras deben ser filtradas a través de membrana de 0.45 µm para evitar obstrucciones en el nebulizador.
- El analista que operará el equipo debe conocer la clave de acceso al computador que controla el instrumento.
- Debe verificarse que el equipo cuente con el mantenimiento preventivo vigente, de acuerdo con la periodicidad establecida en el calendario de mantenimiento y calibración establecido por el laboratorio.


#### 4.4. Actividades preparativas para el uso del equipo.

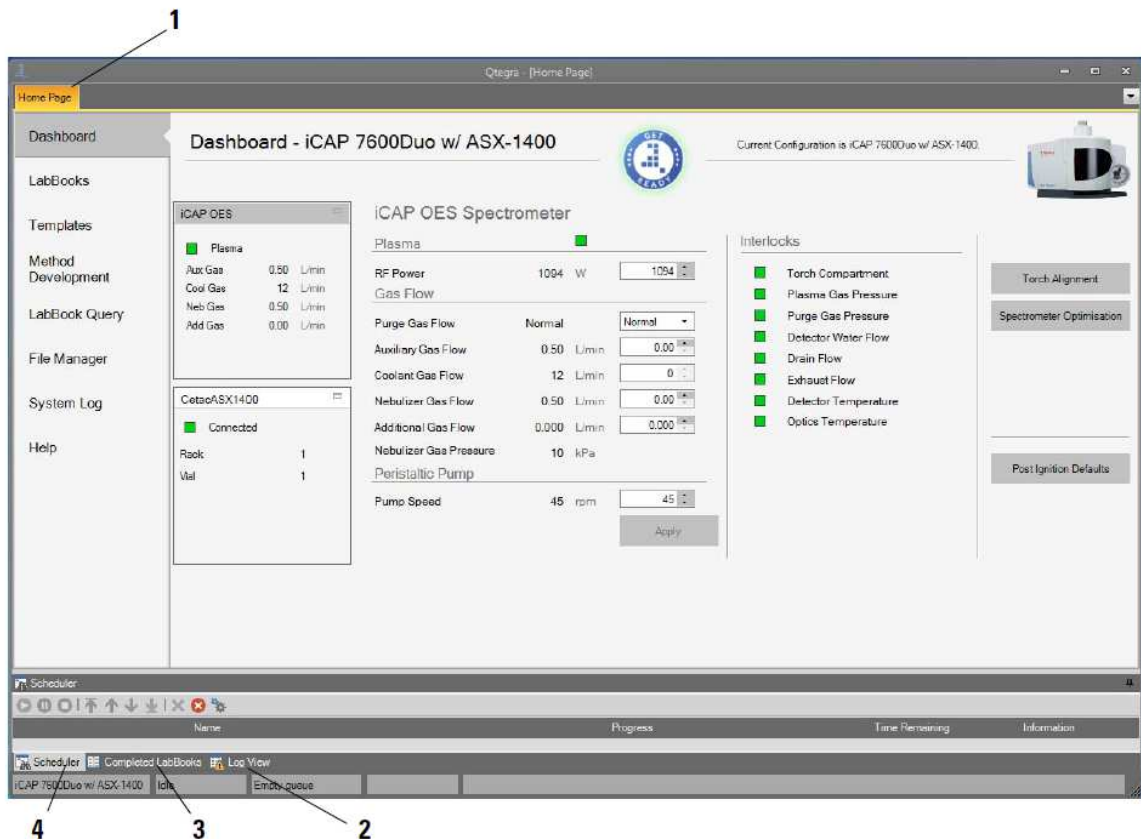
- El equipo se alimenta y se purga durante 1 hora con gas Argón. Verificar la carga del termo de Argón para determinar la suficiencia entre la purga del sistema y posterior encendido del plasma.
- Revisar que la antorcha está correctamente montada en su soporte. Verificar la instalación de la antorcha, de acuerdo con las instrucciones establecidas en el numeral 5 del manual de mantenimiento.
- Revisar que la puerta del compartimento de la antorcha se encuentra asegurada
- Verificar el nivel del agua del Chiller, que se encuentre entre las marcas Min y Max.
- Verificar el agua del reservorio de lavado ubicado en la parte posterior del automuestreador y llenar si es necesario con agua tipo I.
- Las mangueras de muestra y residuos no deben presentar fugas. Sí se encuentran dilatadas o planas se deben cambiar.

#### 4.5. Encendido del equipo.

- Transcurrido la hora de purga, se enciende el equipo subiendo el interruptor ubicado en la parte anterior izquierda, dejándolo estabilizar por una hora.
- Encender el monitor y la CPU al mismo tiempo que el encendido del equipo.

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>

- Encender el automuestreador y esperar que la aguja realice el movimiento de reconocimiento de encendido y que emita una luz azul en el led de la parte superior derecha.
- Encender el extractor y el chiller.
- En el escritorio del computador dar doble clic en el software Qtegra 
- En Homepage (página principal), hacer clic en la pestaña Dashboard



Componentes etiquetados: 1 = pestaña Página de inicio, 2 = pestaña LogView, 3 = pestaña LabBooks completados, 4 = pestaña Programador

- Esperar varios (hasta 5 minutos) para que el equipo se estabilice y comprobar que los interlocks estén todos en color verde.
- Si después del tiempo de estabilización alguno está en rojo, tome la acción necesaria, de acuerdo con las posibles causas que se describen a continuación:
  - **Compartimiento de la antorcha:** Si está rojo, indica que la puerta de la antorcha está abierta o que el soporte de la antorcha no está insertado correctamente. Verifique la correcta instalación de la antorcha, de acuerdo

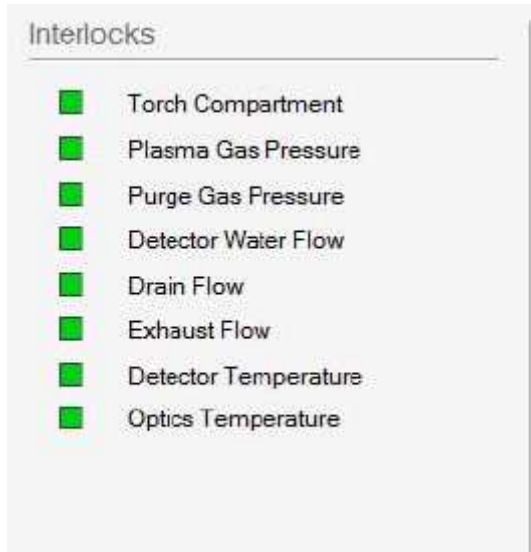
	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP- OES Thermo iCAP 7400</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> INS-TC-002
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2023-10-02

con las instrucciones establecidas en el numeral 5 del manual de mantenimiento del equipo. Cierre la puerta del compartimiento de la antorcha.

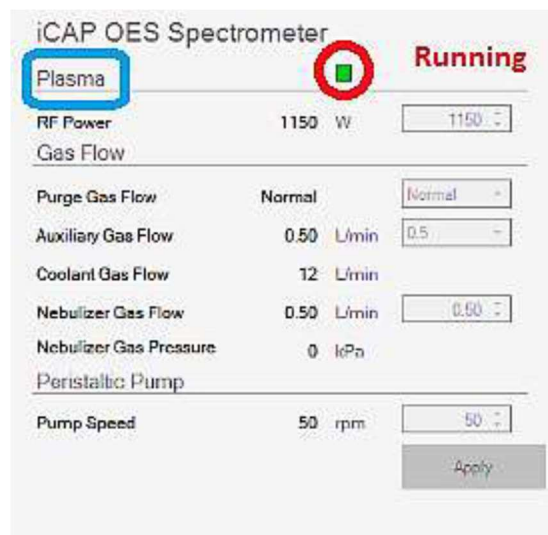
- **Nota:** Si el interlock está de color rojo, el plasma no se enciende.
- **Presión de gas del plasma:** Debe estar en color verde si la presión de entrada de gas plasmático es de 5,5 bares (80 PSI), si se torna roja durante la secuencia de encendido indica problemas con el suministro de gas externo al iCAP. Verifique el contenido de argón del termo. El manómetro de presión debe marcar mínimo 80 PSI. Verifique la posición de las válvulas en la línea de gas para comprobar que estén abiertas.
- **Presión del gas de purga:** Debe estar en color verde si la presión de entrada para el gas de plasma debe ser de 5,5 bares (80 PSI). Si se torna roja durante la secuencia de encendido indica problemas con el suministro de gas externo al iCAP. Verifique la posición de las válvulas en la línea de gas para comprobar que estén abiertas.
- **Detector de flujo de agua:** Debe estar en color verde si el flujo de agua es apropiado para la refrigeración de la cámara y el generador de RF. Si se torna rojo, verifique el correcto funcionamiento del chiller y las mangueras que se conectan al espectrómetro
- **Sensor de flujo de drenaje:** Si está de color rojo, esto indica que el iCAP no ha detectado una burbuja de aire en el sensor de drenaje durante dos minutos. Verifique la correcta conexión y estado de las mangueras de drenaje, de acuerdo con las instrucciones establecidas en el numeral 5 del manual de mantenimiento del equipo Para reiniciar el sensor de drenaje, ponga en funcionamiento la bomba a 45 RPM.
- **Caudal de escape:** Este interlock verifica que el escape tenga un flujo suficiente para garantizar la eliminación segura del calor y los gases de combustión. (En un período de 20 segundos, la extracción debe ser baja durante 5 segundos para que se produzca la alarma). Verifique que el motor del exhosto se encuentre encendido y que el exhosto no presente rupturas o estrangulaciones.
- **Temperatura del detector:** Este interlock indica que la cámara se ha enfriado a -45°C y está listo para realizar las mediciones. (Notas: ROJO = demasiado caliente, Verde = -45°C Azul = demasiado frío.) Cuando se enciende el chiller, la cámara tardará 5 minutos en enfriarse a -45°C. se torna rojo, verifique el correcto funcionamiento del chiller y las mangueras que se conectan al espectrómetro

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>


- **Temperatura óptica:** Esto indica que el tanque óptico ha alcanzado la temperatura de funcionamiento. Si el equipo ha estado apagado, se podría tardar 2 horas en alcanzar 38°C y 1 hora adicional para estabilizarse completamente.



**Nota:** Si el cualquier interlock está de color rojo, el plasma no se enciende.



Compruebe que los ítems que controlan los gases y la radio frecuencia se encuentran establecidas de la siguiente manera:

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>

Flujo de gas de purga 0,5 L/min.

Flujo de gas de enfriado 12 L/min.

Flujo de gas de nebulización 0,5 L/min

Velocidad de la bomba peristáltica 50 rpm

El ICAP por defecto establece la potencia de la radio frecuencia en 1150 Watts.

#### 4.6. Encendido del plasma

Una vez verificadas todas las condiciones establecidas en el numeral anterior y todos los interlock estén de color verde, hacer clic en el ícono "GET READY", ubicado en la parte superior de la pestaña #Dashboard".



Esta opción abrirá el cuadro de dialogo que se muestra a continuación:

The following Options are available:

**iCAP OES Spectrometer**

- Move to rinse when idle
- Warm up  Minutes
- Spectrometer Optimization 1 min
- Nebulizer Optimization 5 min
- Run Performance Checks 14 min
- Perform Detection Limit Check Nebulizer Flow (L/Min)
- Use Manual Sampling

Wash time (s)  Uptake time (s)

Total time (estimated) 20 min

**Cetac ASX-260**

Timings: Wash time (s)  Uptake time (s)

Sample positions:

Sample	Rack	Vial
Multi Element Test Solution	Standard	1
Blank solution	Standard	1


OK Cancel

La opción "Move to rinse when idle" se puede utilizar cuando no se ha utilizado la sonda del automuestreador durante un largo periodo.

Si selecciona la opción "Warmup", debe ingresar el tiempo de calentamiento en minutos.

Para optimizar los parámetros del espectrómetro, seleccione la opción "Spectrometer Optimization"

Para optimizar el nebulizador, seleccione "Nebulizer Optimization".

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> INS-TC-002
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2023-10-02

Seleccione la opción "Run Performance Checks" para ejecutar las comprobaciones rutinarias de desempeño.

Si selecciona "Perform Detection Limit Check" para realizar una verificación del límite de detección, ingrese Flujo del nebulizador (L / Min).

ingrese los tiempos de lavado y los tiempos de absorción a emplear con el automuestrador.

Seleccione los valores deseados de la tabla para especificar las posiciones de muestra para la Solución de prueba de elementos múltiples y la Solución en blanco

En la lista desplegable "Position Kind", seleccione "Vial" para mover la sonda al bastidor y al vial especificado en las siguientes columnas. Seleccione Inicio para mover la sonda a su posición de inicio. Seleccione Enjuague para mover la sonda a la posición de enjuague donde se lava la sonda y se mueve hacia arriba para enjuagar con la frecuencia que se establece en el hardware.

Haga clic en "O K" para encender el plasma. Durante el calentamiento, se mostrará el tiempo restante para finalizar la etapa de calentamiento del equipo, tal como se ilustra a continuación:



La etapa de calentamiento termina cuando en la parte superior aparece Success en verde.

Sí el resultado de la optimización aparece en rojo no está cumpliendo y se debe revisar la causa del problema.



## 4.7. Creación de un LabBook

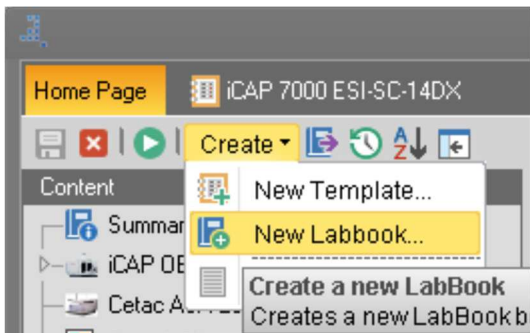
### 4.7.1. Creación de un LabBook a partir de uno existente

Hacer clic en la pestaña LabBooks en la parte izquierda de la interfaz Homepage.

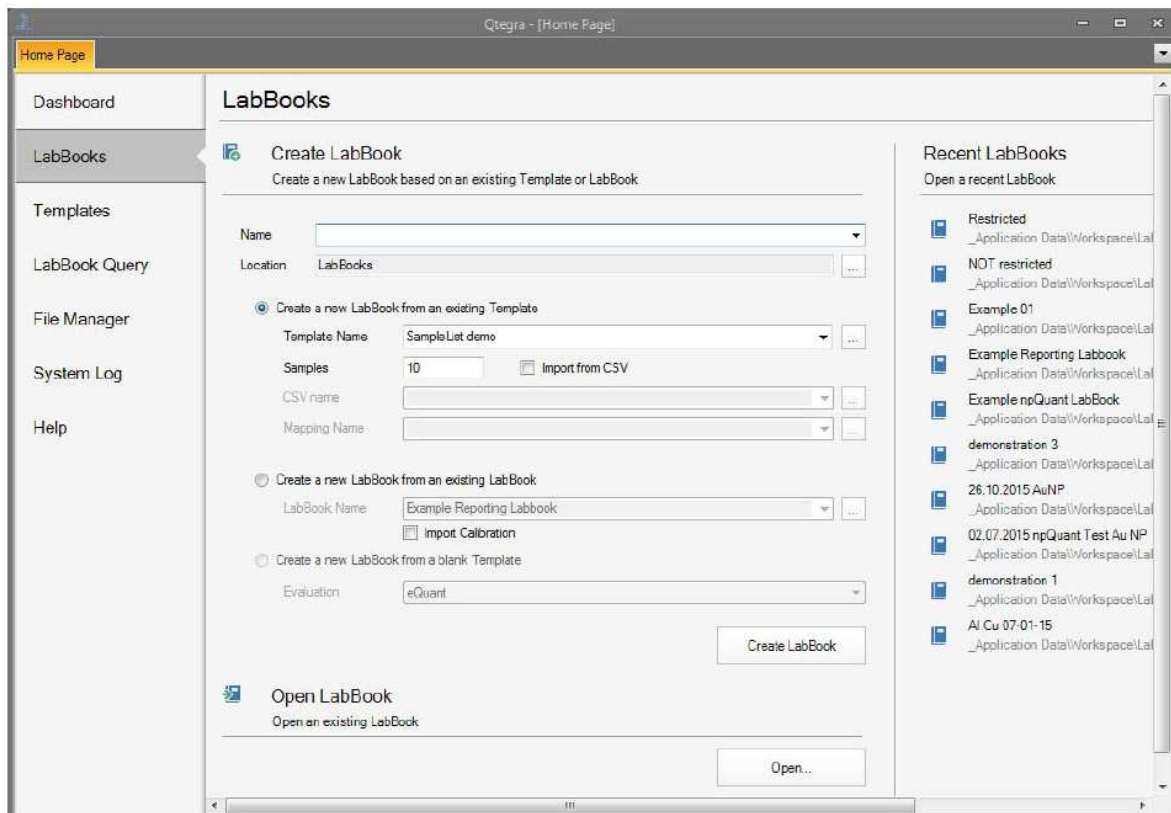
En la pestaña LabBook, Qtegra ofrece botones para guardar, cerrar, ejecutar, exportar un LabBook, ver el historial y ordenar elementos, ver



En la vista LabBook, haga clic en Crear.

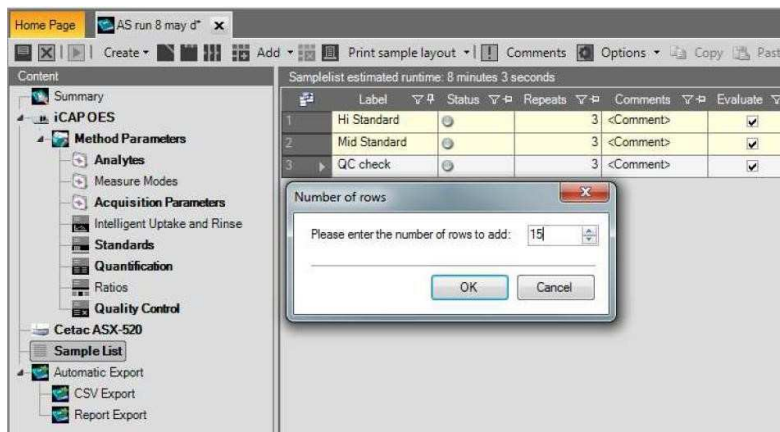
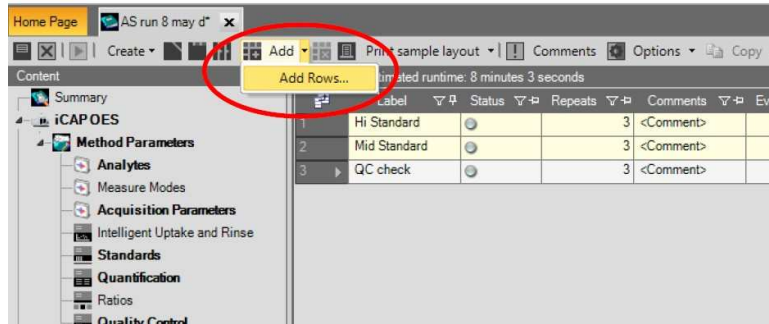


Se abre el menú desplegable Crear

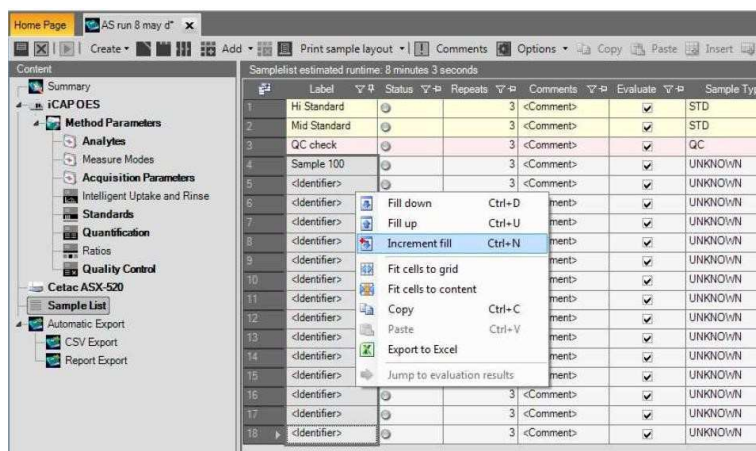




Si es necesario adicionar más líneas a la secuencia de muestras, haga clic en la parte superior en la opción "Add Rows". Digite el número de filas a insertar y haga clic en el botón "OK".



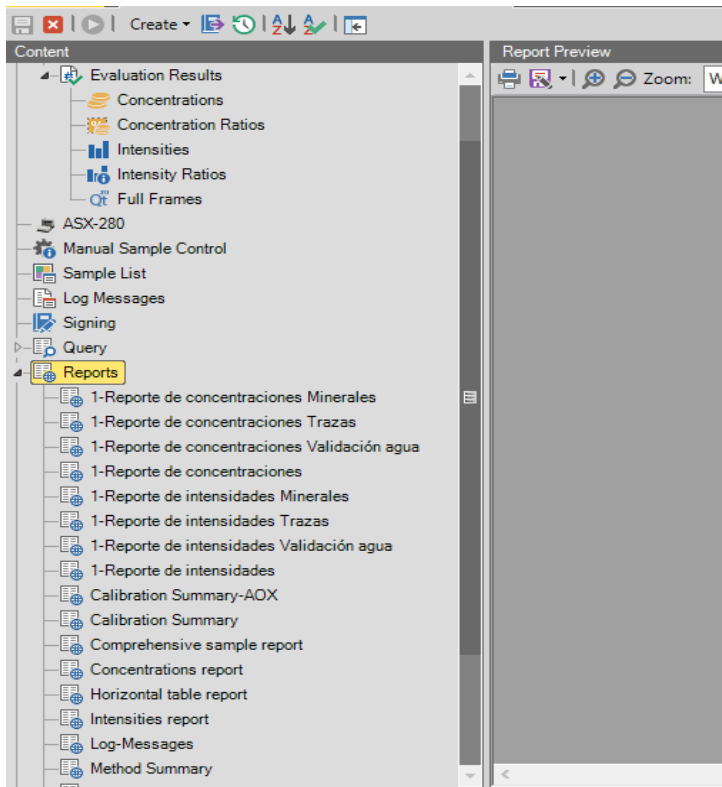
En la columna de "Label", se ingresa código de la muestra. En la columna "Dilution", se debe registrar el factor de dilución aplicado a las muestras.



	<p>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: <a href="#">INS-TC-002</a></p>
		<p>Revisión: 2</p>
		<p>Inicio de vigencia: <a href="#">2023-10-02</a></p>

#### 4.8 Reporte de resultados

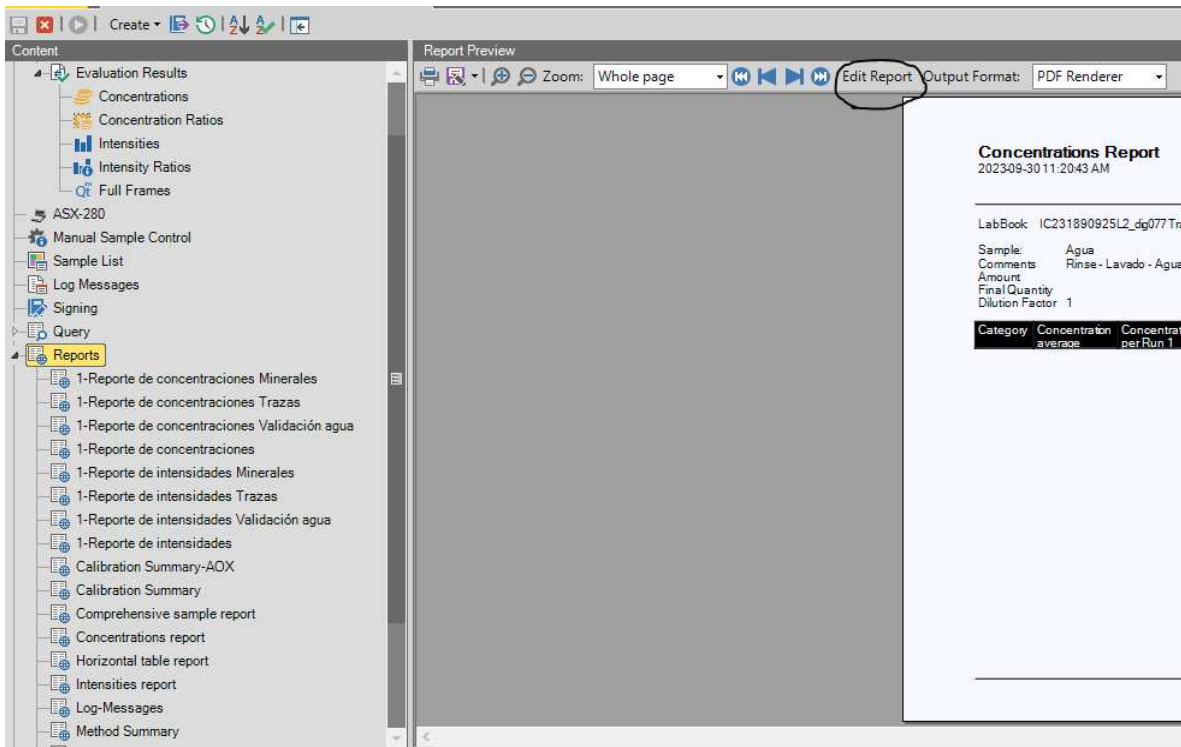
Para generar el reporte de resultados, dar doble clic en Report y seleccionar el reporte que desea realizar dependiendo de la lectura realizada.



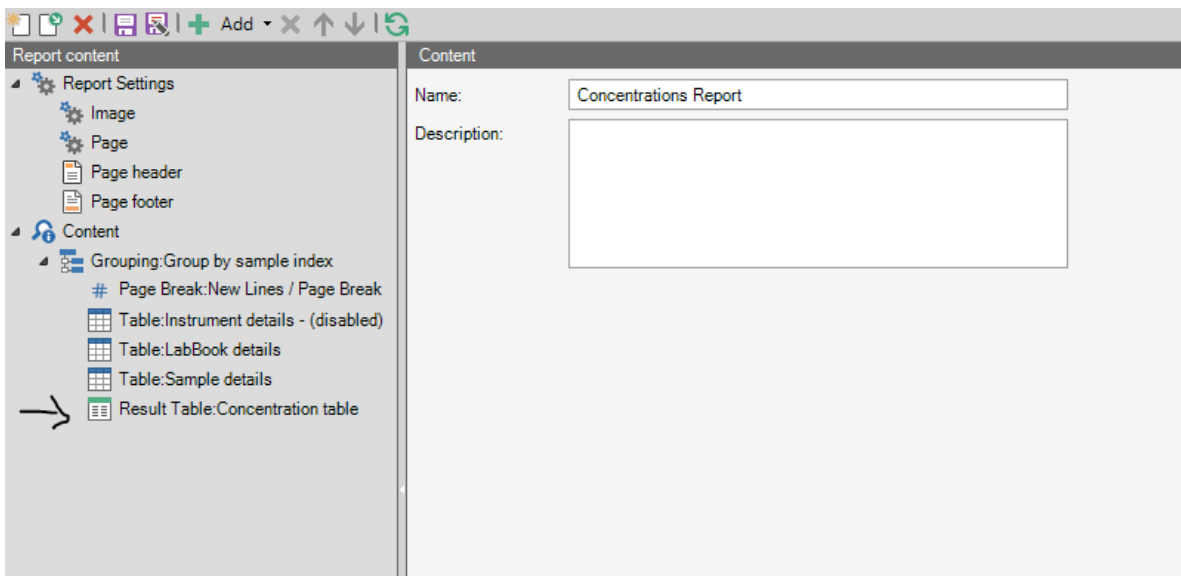
Para realizar una revisión completa y trazable de resultados, es necesario cargar tres documentos importantes del LabBook, los cuales son: reporte de concentraciones, reporte de intensidades y reporte de calibraciones

Para descargar el reporte de concentraciones, dar clic en la pestaña "Reporte concentraciones" ya sea trazas, intermedias, mayoritario todo depende de la lectura realizada.

Luego debe seleccionar la ventana "Edit Report" situada en la parte superior.

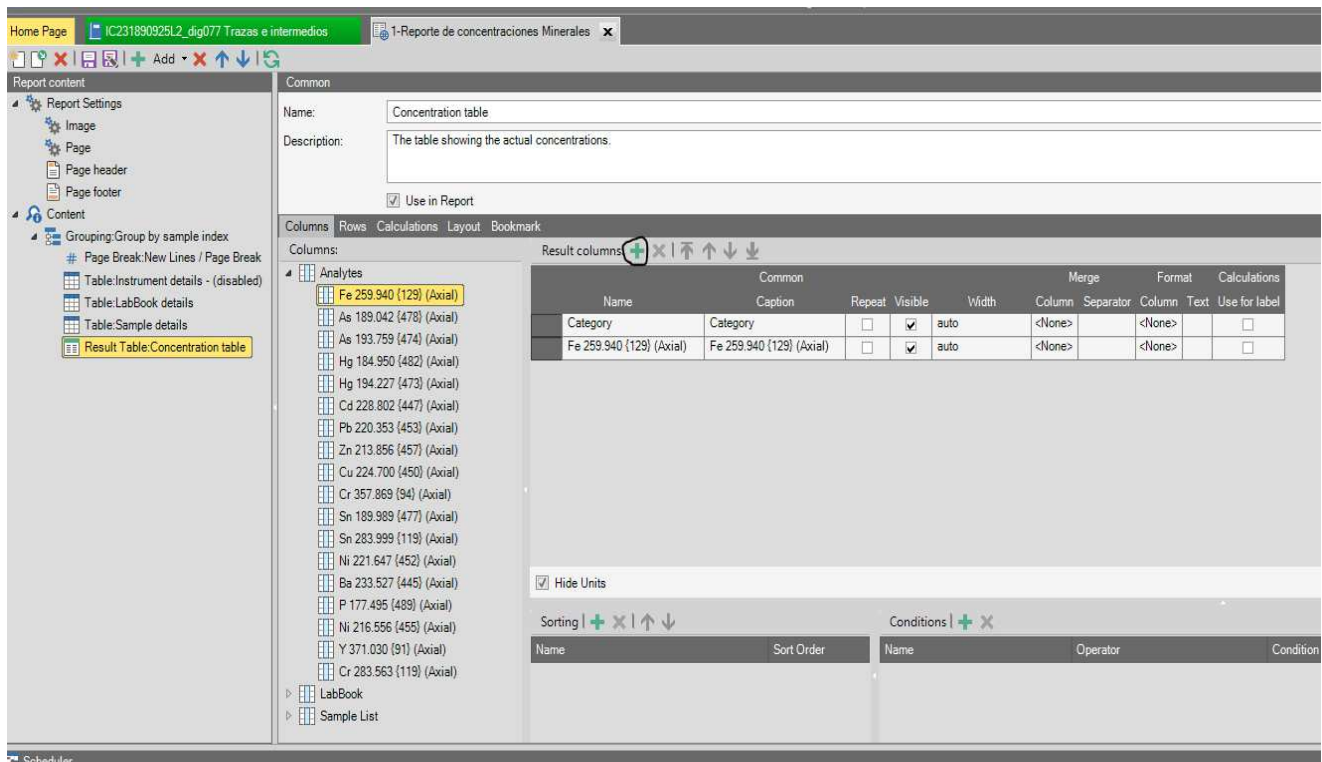


Seguidamente seleccionar la opción "Result Table: Concentration table" para realizar la asignación de los metales que se quieran reportar




	<p>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: INS-TC-002</p>
		<p>Revisión: 2</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2023-10-02</p>

Para continuar seleccionar la viñeta de elementos, se desplegará una lista con todos los metales analizados en el LabBook, añádalos dando clic al elemento y a al símbolo cruz en verde “Result columns: +” hasta completar la lista de metales a reportar

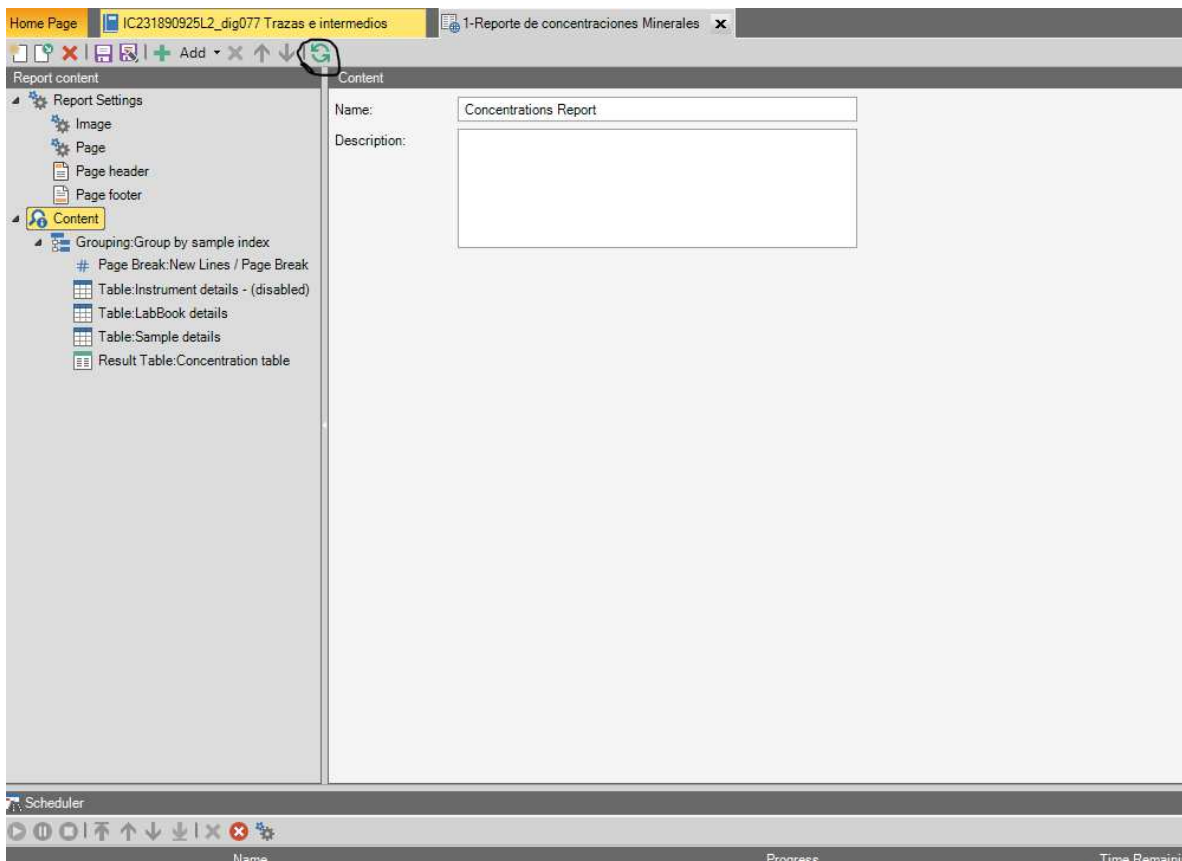



The screenshot shows the software interface for configuring a report table. On the left, there is a list of analytes with checkboxes and icons. The main area shows the configuration for a table named 'Concentration table'. Below this, there is a table for 'Result columns' with columns for Name, Category, Repeat, Visible, Width, Column, Separator, Column, Text, and Calculations. The table contains one row for 'Fe 259.940 (129) (Axial)'. At the bottom, there are sections for 'Hide Units', 'Sorting', and 'Conditions'.

Name	Category	Repeat	Visible	Width	Column	Separator	Column	Text	Calculations
Fe 259.940 (129) (Axial)	Fe 259.940 (129) (Axial)	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	auto	<None>		<None>		<input type="checkbox"/>

Proceda a guardar la configuración realizada, dando clic en “” situado en la parte superior izquierda de la pantalla, tratar de sobrescribir cada configuración para no generar muchas hojas de reporte con distintos nombres. **Esto puede generar confusión y pérdida de tiempo para reportes futuros**

Luego de guardar, saldrá una pestaña en blanco, marque actualizar para generar el reporte



Para guardar el reporte generado, debe dar clic en  y seleccionar la carpeta de destino de la siguiente manera: \\192.168.1.31\Compartida\Publico\LABORATORIO\REGISTROS\ICP-OES\Reporte ICP-OES. Aquí, debe organizar carpetas por año, fecha de análisis y por ultimo la carpeta con el nombre del LabBook de tal manera que sea trazable.

Network > 192.168.1.31 > Compartida > Publico > LABORATORIO > REGISTROS > ICP OES > Reporte ICP-OES > 2023 > 9. Septiembre

Name	Date modified	Type	Size
IC231890911L1	2023-09-26 6:48 AM	File folder	
IC231890912L1	2023-09-12 11:39 AM	File folder	
IC231890912L2	2023-09-12 4:27 PM	File folder	
IC231890912L3	2023-09-14 7:59 AM	File folder	
IC231890913L1	2023-09-13 3:23 PM	File folder	
IC231890914L1	2023-09-14 2:42 PM	File folder	
IC231890915L1	2023-09-15 2:17 PM	File folder	
IC231890916L1	2023-09-18 9:00 PM	File folder	
IC231890918L1	2023-09-19 5:53 PM	File folder	
IC231890918L2	2023-09-20 8:02 PM	File folder	
IC231890925L1	2023-09-26 12:01 PM	File folder	
IC231890925L2	2023-09-29 6:15 AM	File folder	
IC231890929L1	2023-09-29 3:29 PM	File folder	
IC231890929L2	2023-09-29 3:55 PM	File folder	

**Concentrations Report**  
2023-09-30 11:55:54 AM

IC231890929L2\_dig077 Trazas e intermedios.inp

Agua  
Rinse- Lavado- Agua Tipo1

	Concentration average	Concentration per Run 1	Concentration per Run 2
80 (129) (Axial) (mg/kg)	0.06	-0.06	-0.06
80 (129) (Axial) (mg/kg)	-0.06	-0.06	-0.06
82 (478) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
85 (474) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
80 (482) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
27 (473) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
02 (447) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
53 (453) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
86 (467) (Axial) (mg/kg)	-0.02	-0.02	-0.02
00 (450) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
36 (540) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
89 (477) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
89 (119) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
17 (452) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
27 (445) (Axial) (mg/kg)	0.00	0.00	0.00
5 (489) (Axial) (mg/kg)	-0.01	0.02	-0.03

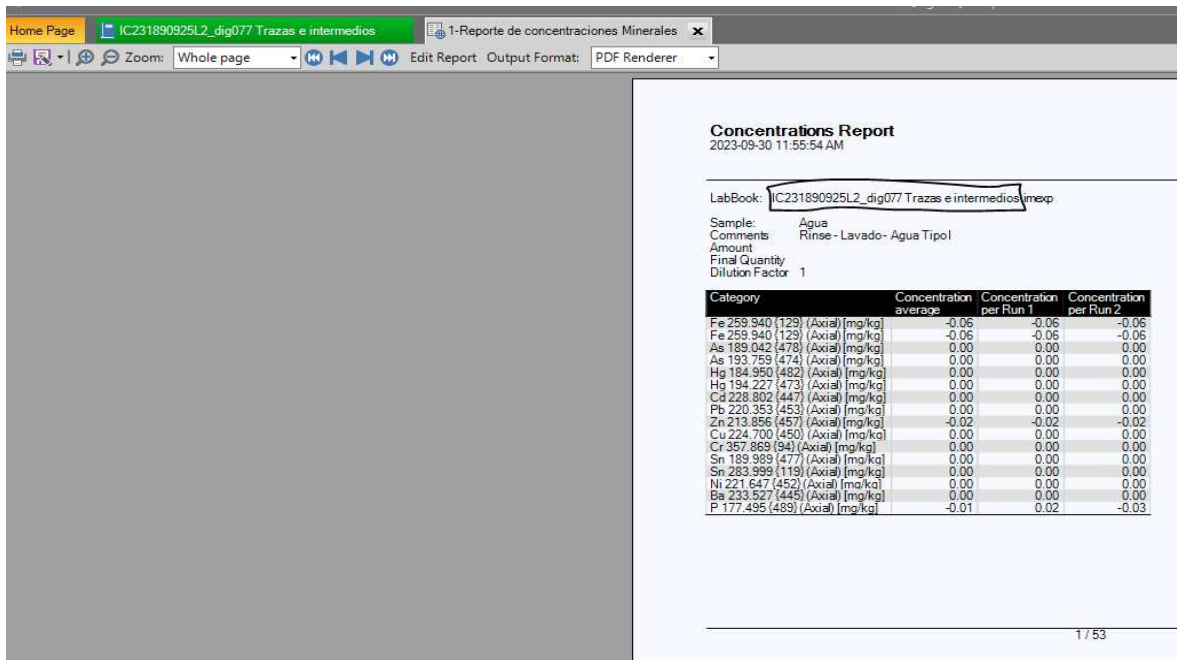
Save document dialog: 9. Septiembre > IC231890929L2

File name: IC231890929L2\_dig077 Trazas e intermedios.inp

Save as type: PDF (\*.pdf)

Para guardar el reporte, debe permanecer con el nombre original de reporte + tipo de reporte (Concentración, intensidades, calibraciones) según corresponda

	<p style="text-align: center;">Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</p> <p style="text-align: center;">AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: INS-TC-002</p>
		<p>Revisión: 2</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2023-10-02</p>



**Concentrations Report**  
2023-09-30 11:55:54 AM

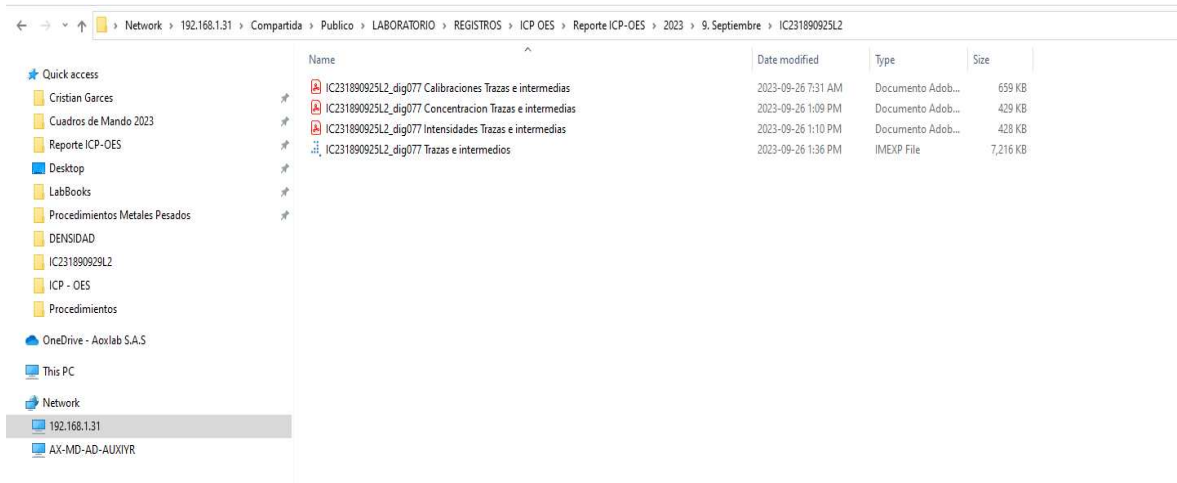
LabBook: IC231890925L2\_dig077 Trazas e intermedios imexp

Sample: Agua  
Comments: Rinse - Lavado - Agua Tipo I  
Amount:  
Final Quantity:  
Dilution Factor: 1

Category	Concentration average	Concentration per Run 1	Concentration per Run 2
Fe 259.340 (129) (Axial) [mg/kg]	-0.06	-0.06	-0.06
Fe 259.340 (129) (Axial) [mg/kg]	-0.06	-0.06	-0.06
As 189.042 (478) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
As 193.759 (474) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Hg 184.950 (482) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Hg 194.227 (473) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Cd 228.802 (447) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Pb 220.353 (453) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Zn 213.856 (457) (Axial) [mg/kg]	-0.02	-0.02	-0.02
Cu 224.700 (450) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Cr 357.869 (94) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Sn 189.989 (477) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Sn 283.989 (119) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Ni 221.647 (452) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
Ba 233.527 (445) (Axial) [mg/kg]	0.00	0.00	0.00
P 177.495 (489) (Axial) [mg/kg]	-0.01	0.02	-0.03

1 / 53

Al finalizar debe anexar el archivo del LabBook a la carpeta de reporte para completar el proceso.




Network > 192.168.1.31 > Compartida > Publico > LABORATORIO > REGISTROS > ICP OES > Reporte ICP-OES > 2023 > 9.Septiembre > IC231890925L2

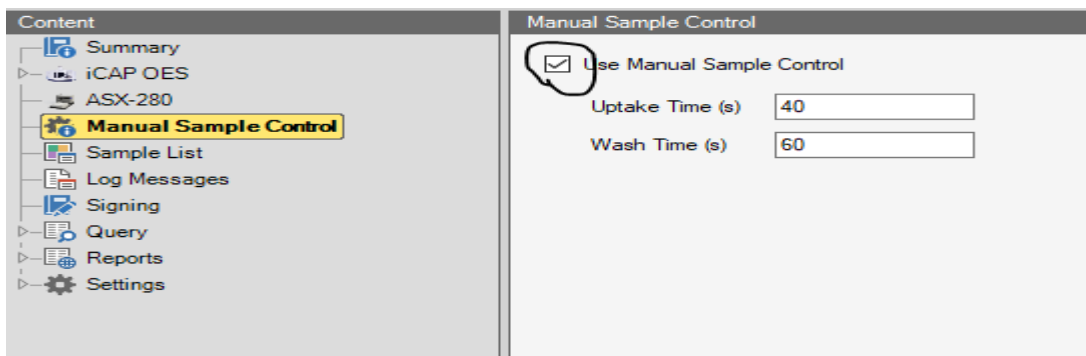
Name	Date modified	Type	Size
IC231890925L2_dig077 Calibraciones Trazas e intermedias	2023-09-26 7:31 AM	Documento Adob...	659 KB
IC231890925L2_dig077 Concentracion Trazas e intermedias	2023-09-26 1:09 PM	Documento Adob...	429 KB
IC231890925L2_dig077 Intensidades Trazas e intermedias	2023-09-26 1:10 PM	Documento Adob...	428 KB
IC231890925L2_dig077 Trazas e intermedios	2023-09-26 1:36 PM	IMEXP File	7,216 KB

#### 4.9 Procedimiento de lectura manual en caso de falla de automuestreador

En caso de presentar una falla con el automuestreador se deben realizar los siguientes pasos para ejecutar el proceso manualmente:

**Paso 1.** En la parte del contenido de Qtegra seleccione la opción **manual sample control** y seleccione la casilla que dice **use manual sample control**, guarde el LabBook, ciérrelo y vuélvalo a abrir

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>



**Paso 2.** Desconecte la manguera de ingreso de muestras del capilar color negro del automuestreador, esto es necesario ya que el capilar negro genera más dificultad en la limpieza Manual y mayor arrastre de muestra

**Paso 3.** Tome dos beaker brevemente lavados de 100 mL, rotúlelos para diferenciarlos y en ambos beaker agregue una solución de Ácido Nítrico al 10 %


**Paso 4.** Use el primer beaker para introducir la parte final de la manguera (10 cm aproximadamente) para su lavado externo, haciendo movimientos de arriba abajo por 10 segundos

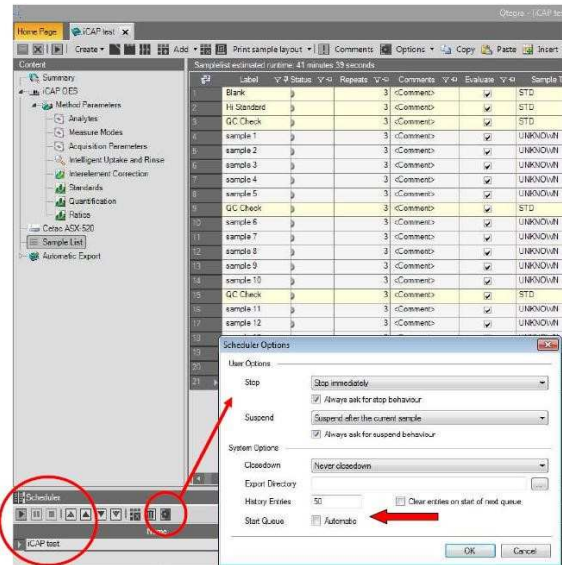
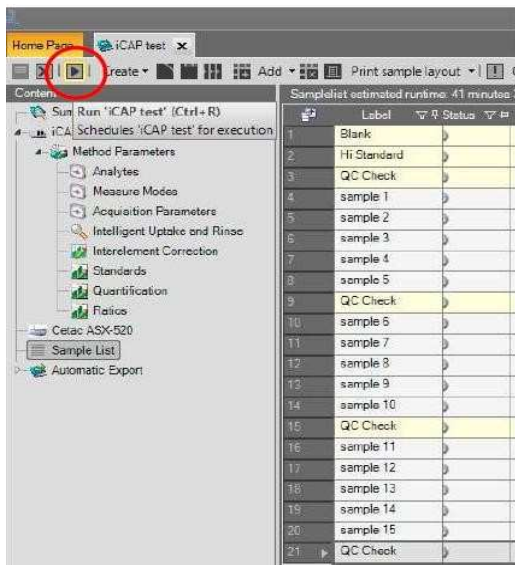
**Paso 5.** Use el segundo beaker e introduzca la manguera para el lavado interno tanto de la manguera, nebulizador y cámara de nebulización hasta que el Qtegra le informe con un mensaje en la pantalla que traslade la manguera a la siguiente muestra

**Paso 6.** Este muy al tanto de la recuperación de las muestras en el porcentaje de itrio en la lectura y pase muestras de ácido nítrico al 10 % constantemente, ya que es la única forma de saber si la lectura no se está realizando de manera completa o hay arrastre de muestra en el proceso.

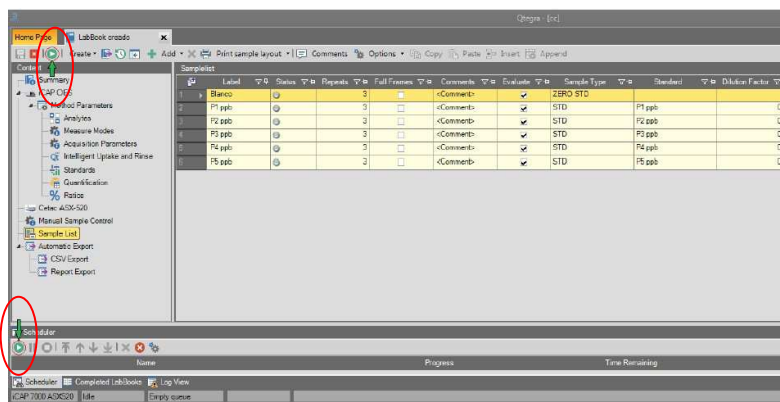
**Nota:** Opcional puede utilizar una cinta o sticker que se pueda desplegar fácilmente para adherir la manguera a los beaker mientras se esté lavando y a los tubos de muestra mientras se esté leyendo.

#### 4.10 Ejecución del análisis

En la barra de herramientas del LabBook creado haga clic en . El LabBook es añadido al programador (Schedule).



La ejecución de la secuencia de muestras del LabBook se esperará en la cola hasta que se haga clic en el botón "Ejecutar" del programador, a menos que se haya seleccionado "Start Queue "Automático" en las Opciones del programador, en cuyo caso se iniciará inmediatamente el análisis.




**Nota:** Para visualizar los resultados de las muestras dar clic en la opción concentración.

#### 4.11 Apagado del sistema

Antes de apagar el equipo deben realizarse las siguientes tareas:

- Realizar limpieza de mangueras con Ácido Nítrico al 5% durante 5 minutos (mantener encendido el extractor).
- Realizar un lavado con agua y posterior dejar tomar aire en las mangueras.

	<p>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: INS-TC-002</p>
		<p>Revisión: 2</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2023-10-02</p>

El plasma puede ser apagado desde la función “Get ready” en la ventana principal de la pestaña Dashboard.



Elija la opción “Shut Down” para apagar la llama. Inmediatamente, el estado de configuración cambia a “Not ready”.

Si se requiere repetir el performance de encendido, haga clic sobre el botón “Repeat Get Ready”. Esta opción permite realizar nuevamente las opciones de optimización del equipo.

**Nota.** Es recurrente escuchar el sonido tipo golpe en el iCAP que indica que la llama se ha apagado.

#### Apagado del instrumento:

- Apagar el chiller y el extractor
- Apagar el instrumento.
- Cerrar gases.
- Soltar mangueras de bomba peristáltica.

## 4.12 Tareas de mantenimiento

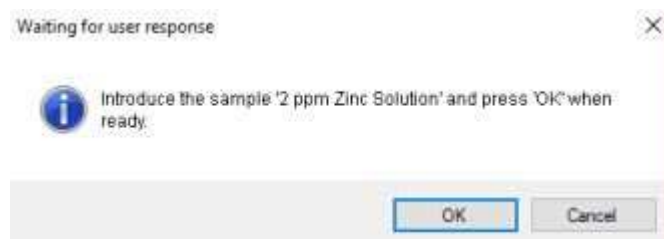
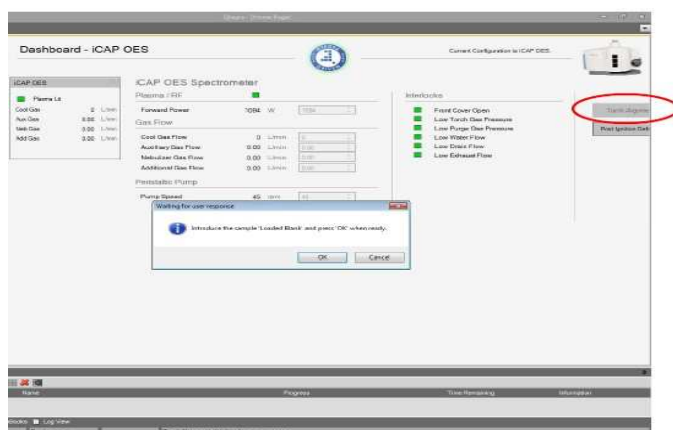
### 4.12.1 Alineación de la antorcha

La alineación de la antorcha solo se realiza si se ha desmontado para realizar limpieza o si se ha sustituido su soporte o el del tubo central.

Antes de realizar la alineación de la antorcha, es necesario cambiar la manguera del automuestreador a la manguera manual y verificar que no presente fugas. Esta manguera se encuentra en el automuestreador.

Así mismo, debe verificarse que se cuente con suficiente solución de Zinc de 2 ppm y que ésta se encuentre atemperada.

Una vez se hace clic en el botón “Torch Aligment”, aparece el siguiente cuadro de diálogo:



introduzca la solución de 2 mg/L de Zn y asegúrese de dejar suficiente tiempo para que la muestra entre en el plasma antes de hacer clic en “OK”. Aspirar hasta que finalice el proceso. El resultado de la prueba se muestra en la parte inferior (lado derecho) de la página.

#### 4.12.2 Limpieza de la antorcha

Los O-rings en el montaje de la antorcha metálica deben ser inspeccionados y reemplazados si es visible cualquier desgaste o daño.

Advertencia: Deje al menos 10 minutos para que los componentes calientes se enfríen antes de retirarlos del compartimento de la antorcha. Se debe tener cuidado de quitar cualquier vidrio roto de la ventana Duo si se produce una rotura en la caja de la antorcha.

Para eliminar los depósitos de sal, remoje la antorcha en detergente diluido (5%) de grado analítico durante cinco minutos.

Para eliminar los depósitos metálicos de la punta, separar la sección de cuarzo de la antorcha, sumergir la punta de la antorcha en una solución ácida al 10% durante varias horas o hasta que esté limpia (normalmente es adecuada una mezcla de nítrico y clorhídrico).

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP- OES Thermo iCAP 7400</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">INS-TC-002</a>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2023-10-02</a>

Después de la limpieza, enjuague la antorcha con agua tipo I y colóquela en un horno de secado a 95 ° C hasta que esté seca. El uso de un disolvente orgánico de residuos volátil (propanol es adecuado) ayudará al secado.

#### 4.12.3 Limpieza de la cámara de pulverización (Spray chamber)

Si la cámara de pulverización se engrasa y se forman gotas en el interior, remoje la cámara de pulverización en un detergente analítico diluido (5%) durante cinco minutos.

Si la cámara de pulverización se ensucia o se forman depósitos en su interior, remoje la cámara de pulverización en una solución de ácido al 10% durante dos horas (normalmente es adecuada una mezcla de ácido nítrico y ácido clorhídrico). Después de la limpieza enjuague la cámara de pulverización en agua Tipo I.


#### 4.12.4 Limpieza del nebulizador

Enjuagar con agua Tipo I, diluir ácido o disolvente orgánico al final de cada día, o aspirar una solución de limpieza a través de ella.

Advertencia: No coloque el nebulizador concéntrico en un baño ultrasónico o caliente en un horno.

#### 4.12.5 Limpieza de la válvula sprint

El mantenimiento de rutina incluye la verificación de componentes de la válvula sprint para detectar fugas u otros daños. Pueden ser necesarias tareas adicionales de mantenimiento periódico, incluyendo el reemplazo de los siguientes componentes: tubería de bomba peristáltica, tubo de enjuague y sonda de muestra. Para esto, realizar las consultas correspondientes en el manual de usuario del iCAP 7400, en las páginas 51 a la 59, ítem 8.2.4.

	<b>Instructivo de operación del espectrómetro ICP-OES Thermo iCAP 7400</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> INS-TC-002
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2023-10-02

## 5 RESPONSABILIDADES.

### 5.1 Director técnico.

- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Asesorar y orientar los analistas en la resolución de dudas e inconvenientes surgidos durante la aplicación del instructivo.

### 5.2 Líder de Laboratorio.

- Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.

### 5.3 Analista.

- Aplicar el presente documento.

## 6 FORMATOS RELACIONADOS.

SOFT-TC-059 Formato cuadro de mando de análisis de Metales.

FOR-TC- 155 "Formato para el registro de datos primarios de la determinación de metales por ICP-OES, mediante digestión asistida por microondas "

## 7 ANEXOS.

N. A.